

GEP-000C / EPC

PN - JP2003096463 A 20030403

PD - 2003-04-03

PR - JP20010286203 20010920

OPD - 2001-09-20

TI - MAGNESIUM HYDROXIDE FLAME RETARDANT AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME AND FLAME-RETARDANT RESIN COMPOSITION USING THE SAME

IN - MATSUI SEIJI; HIDAKA TOSHINORI; MATSUMOTO YASUHIRO

PA - HATTORI & CO LTD; KONOSHIMA CHEMICAL

IC - C09K21/02 ; C01F5/14 ; C08K9/04 ; C08L23/00 ; C09C1/02 ; C09C3/00

GPN / GERNOT

TI - Magnesium hydroxide group flame retardant in flame retardant resin composition, consists of coated and surface-treated natural brucite particle with preset average particle diameter

PR - JP20010286203 20010920

PN - JP2003096463 A 20030403 DW200365 C09K21/02 006pp

PA - (HATT) HATTORI KK

- (KAMS) KAMISHIMA KAGAKU KOGYO KK

IC - C01F5/14 ; C08K9/04 ; C08L23/00 ; C09C1/02 ; C09C3/00 ; C09K21/02

AB - JP2003096463 NOVELTY - A flame retardant consists of particle with coating layer of surface treating agent (A) with average particle diameter of 1-5 μ m. The coated particle is obtained by grinding and surface treatment simultaneously at 120-220 deg. C using a grinder which can heat crude powder of natural brucite ore in the presence of two kinds of agents (A) which consist of silane coupling agent and alcohol phosphoric acid ester.

- DETAILED DESCRIPTION - INDEPENDENT CLAIMS are included for the following:

- (1) manufacture of the magnesium hydroxide group flame retardant; and
- (2) a flame retardant resin composition containing a mixture of olefin resin and magnesium hydroxide group flame retardant.

- USE - In a flame retardant resin composition (claimed).

- ADVANTAGE - The magnesium hydroxide group flame retardant is inexpensive, has excellent mechanical and physical properties, and water resistance, and is halogen free and environment friendly.

- (Dwg. 0/0)

OPD - 2001-09-20

AN - 2003-683093 [65]

GPN / JPD

PN - JP2003096463 A 20030403

PD - 2003-04-03

AP - JP20010286203 20010920

IN - MATSUI SEIJI; MATSUMOTO YASUHIRO; HIDAKA TOSHINORI

PA - KONOSHIMA CHEMICAL CO LTD; HATTORI KK

TI - MAGNESIUM HYDROXIDE FLAME RETARDANT AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME AND FLAME-RETARDANT RESIN COMPOSITION USING THE SAME

AB - PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a magnesium hydroxide flame retardant having excellent mechanical properties and excellent water resistance.

- SOLUTION: This method for producing the magnesium hydroxide flame retardant comprises simultaneously subjecting the coarse powder of natural brucite ore to both a grinding treatment and a particle surface treatment with a medium grinding machine in the presence of an alcohol phosphate surface-treating agent in a temperature range of 120 to 220 deg.C to obtain the particles having an average particle diameter of 1 to 5 μ m and each having the coating layer of the surface-treating agent.

I - C09K21/02 ; C01F5/14 ; C08K9/04 ; C08L23/00 ; C09C1/02 ; C09C3/00

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-96463

(P2003-96463A)

(43)公開日 平成15年4月3日(2003.4.3)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	ナット [*] (参考)
C 0 9 K 21/02		C 0 9 K 21/02	4 G 0 7 6
C 0 1 F 5/14		C 0 1 F 5/14	4 H 0 2 8
C 0 8 K 9/04		C 0 8 K 9/04	4 J 0 0 2
C 0 8 L 23/00		C 0 8 L 23/00	4 J 0 3 7
C 0 9 C 1/02		C 0 9 C 1/02	

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2001-286203(P2001-286203)	(71)出願人 390036722 神島化学工業株式会社 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目2番7号
(22)出願日	平成13年9月20日(2001.9.20)	(71)出願人 59207/394 ハットリ株式会社 石川県金沢市本町2丁目14番10号
		(72)発明者 松井 誠二 香川県三豊郡詫間町大字香田80 神島化学 工業株式会社詫間工場内
		(74)代理人 100086830 弁理士 堀入 明 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水酸化マグネシウム系難燃剤とその製造方法及び該難燃剤を用いた難燃性樹脂組成物

(57)【要約】

【構成】天然ブルーサイト鉱石の粗粉体を、アルコールリン酸エステル系の表面処理剤の存在下で、メディア粉碎機を用いて120～220℃の温度範囲で粉碎と粒子表面処理とを同時に行い、平均粒子径が1μm以上5μm以下で該表面処理剤の被覆層を有する粒子とする。

【効果】機械的物性及び耐水性に優れた、水酸化マグネシウム系難燃剤が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 天然ブルーサイト鉱石の粗粉体を、シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルからなる2種類の表面処理剤の存在下で、加熱可能なメディア粉碎機を用いて120～220℃の温度範囲で粉碎と粒子表面処理とを同時に行って得た、平均粒子径が1 μ m以上5 μ m以下で該表面処理剤の被覆層を有する粒子からなる、水酸化マグネシウム系難燃剤。

【請求項2】 該シランカップリング剤の添加量が、天然ブルーサイト粗粉体と表面処理剤との合計量に対して0.5～5重量%であり、該アルコールリン酸エステルの添加量が、天然ブルーサイト粗粉体と表面処理剤との合計量に対して0.5～5重量%であり、天然ブルーサイト粗粉体の平均粒径が5 μ m超で8 μ m以下であることを特徴とする、請求項1の水酸化マグネシウム系難燃剤。

【請求項3】 天然ブルーサイト鉱石の粗粉体を、シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルからなる2種類の表面処理剤の存在下で、加熱可能なメディア粉碎機を用いて120～220℃の温度範囲で粉碎と粒子表面処理とを同時に行い、平均粒子径が1 μ m以上5 μ m以下で該表面処理剤の被覆層を有する粒子とする、水酸化マグネシウム系難燃剤の製造方法。

【請求項4】 天然ブルーサイト鉱石の粗粉体を、シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルからなる2種類の表面処理剤の存在下で、加熱可能なメディア粉碎機を用いて120～220℃の温度範囲で粉碎と粒子表面処理とを同時に行って得た、平均粒子径が1 μ m以上5 μ m以下で該表面処理剤の被覆層を有する粒子からなる水酸化マグネシウム系難燃剤を、オレフィン樹脂と混練した、難燃性樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の利用分野】 本発明は、ノンハロゲンの難燃材料として使用される水酸化マグネシウム系難燃剤とその製造方法、及び該難燃剤を用いた難燃性樹脂組成物に関する。さらに詳しくは、ポリオレフィン樹脂に配合する場合の、樹脂組成物の機械的物性及び耐水性に優れ、且つ比較的安価な水酸化マグネシウム系難燃剤を提供するものである。

【0002】

【従来の技術】 水酸化マグネシウムは、例えば特開平1-141929号公報に示されるように、樹脂組成物等の燃焼時の発煙、毒性、腐食等の二次災害を防止する目的で、オレフィン系等の樹脂組成物に添加されている。水酸化マグネシウムはノンハロゲン難燃剤であり、地球環境の保全やエコロジー化という社会的ニーズに沿い、水酸化マグネシウムを用いた樹脂組成物は、ハロゲンや重金属を含まないため、ハロゲン系樹脂組成物の代替材料として、自動車のワイヤーハーネス等に用いる電線被覆用途を中心に広く適用されつつある。

【0003】 このようなノンハロゲン難燃剤用途に用いられる、水酸化マグネシウムの製造方法には、大別して、反応合成法と天然鉱物粉碎法の2つがある。反応合成法には、例えば海水または苦汁中に苛性アルカリまたは消石灰のスラリーを添加して反応させる方法、水酸化マグネシウムスラリーに水酸化ナトリウムを添加し水熱処理する方法(特公昭50-23680号公報)、塩基性マグネシウム塩スラリーを水熱処理する方法(特開昭52-115799号公報)、マグネシウム塩溶液とアンモニアを反応させる方法(特開昭61-168522号公報等)が知られている。いずれの方法でも、合成した水酸化マグネシウムを洗浄、表面処理、脱水し、乾燥、粉碎して、水酸化マグネシウム系難燃剤にしている。

【0004】 一方、天然鉱物粉碎法は、水酸化マグネシウムを主成分とする天然ブルーサイト鉱石を粉碎、表面処理して、水酸化マグネシウム系難燃剤にする方法であり、例えば特公平7-42461号公報に開示されているように、天然ブルーサイト鉱石を水性スラリーとしてから湿式粉碎し、この粉碎品スラリーを脂肪酸のアンモニウム塩またはアミン塩の乳化剤で表面処理し、固液分離した後に乾燥する方法等が知られている。

【0005】 また、例えば特開平7-161230号公報に開示されているように、難燃組成物の吸湿性を抑えるために、天然ブルーサイト鉱石を粉碎し、脂肪酸、脂肪酸金属塩、シランカップリング剤、チタネートカップリング剤を主成分とする表面処理剤で表面処理する方法が知られている。さらに、特開平10-226789号公報には、耐水性、分散性、難燃性に優れた比較的低コストの水酸化マグネシウム系難燃剤を得るために、天然ブルーサイト粉碎品をシランカップリング剤及びシラン表面処理剤の存在下でメカノケミカル処理し、被覆層と粒子表面が化学結合した平均粒子径1～10 μ mの水酸化マグネシウム系難燃剤の製造方法が開示されている。

【0006】

【従来技術の問題点】 水酸化マグネシウム系難燃剤を配合して得られるノンハロゲン難燃材料には、水酸化マグネシウム系難燃剤が、例えば樹脂100重量部に対して50～100重量部、高い難燃性を必要とする場合には100重量部以上配合される。水酸化マグネシウム系難燃剤の配合量が多くなるに従って、難燃性は向上するものの機械的物性は低下する。特に、高い難燃性を必要とする場合の、水酸化マグネシウム系難燃剤100重量部以上の高充填配合ではこの傾向が顕著で、難燃材料の配合設計が難しくなる。機械的物性の低下には、水酸化マグネシウム系難燃剤の配合量のみではなく、水酸化マグネシウム系難燃剤の性状が影響することが判明しており、高充填しても機械特性の低下の小さい、水酸化マグネシウム系難燃剤が求められている。

【0007】 水酸化マグネシウム系難燃剤のうち、反応合成法によって得られた水酸化マグネシウムは、比較的

整った粒子性状と比較的微細で揃った粒子径を有するため、高充填しても比較的機械的物性の低下の小さい材料を作りやすい特徴を持つ。しかし天然鉾物粉碎法に比べると、原料費が高く、製造工程が複雑で、エネルギーコストの高い工程を必要とするために経済的に不利で、ノンハロゲン難燃剤として使用される用途は、限定されたものにならざるを得ない。

【0008】一方、天然鉾物粉碎法で製造される水酸化マグネシウム系難燃剤は、安価な天然ブルーサイト鉾石を原料とするため、比較的 low コストで経済性に優れた材料として期待されている。特に特開平7-161230号公報や特開平10-226789号公報に開示されているような、乾式工程のみからなる方法は、環境に優しいノンハロゲン難燃材料により、ハロゲン系材料を幅広い用途で代替し得るものとして、期待されている。

【0009】しかし、水酸化マグネシウム系難燃剤の難燃化効果はハロゲン系難燃剤に較べて低く、ポリオレフィン樹脂等に配合する場合、樹脂中に大量に配合しないと、十分な難燃性が得られない。例えば、自動車のワイヤーハーネスに用いる絶縁電線は、火災事故に対する安全性の点から、ISO規格45°傾斜の燃焼試験に合格する難燃性が求められている。このような燃焼試験に合格するように、一般に樹脂中に大量の水酸化マグネシウム系難燃剤を配合して難燃性を高めているが、分散性が悪くなり、樹脂組成物の引張強度や伸びなどの機械的物性が著しく低下する。

【0010】このような問題を解決する方法として、例えば特許第2525968号には、機械的物性を低下させずに水酸化マグネシウムを大量に配合するため、シランカップリング剤等の架橋剤を配合して、熔融混練時あるいは押出成形時に化学架橋や電子線架橋を行う方法が示されている。また例えば、特開2000-294036号公報では、架橋性のシランカップリング剤で表面処理した水酸化マグネシウムを所定量配合すると、高い難燃性と機械的物性を満足できることが開示されている。

【0011】また、ワイヤーハーネス等の被覆に用いる難燃樹脂組成物において、機械的物性と共に重要な特性として、耐水性がある。即ち、長時間雨水や湿気等にさらされると、電線被覆材料の電気絶縁性が低下し、ショート、漏電等の危険性がある。しかし、特開平7-161230号公報や特開平10-226789号公報に開示されているような簡素な乾式工程のみで表面処理した水酸化マグネシウム系難燃剤では、機械的物性及び耐水性を充分満足できなかった。

【0012】

【発明の課題】本発明の目的は、樹脂に配合した時の機械的物性及び耐水性に優れ、かつ低コストで経済性に優れた水酸化マグネシウム系難燃剤とその製造方法、及び該難燃剤を用いた樹脂組成物を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】発明者は、上述の問題点の各要素を鋭意検討した結果、本発明に到達した。即ち、天然ブルーサイト鉾石を乾式粉碎する方法において、天然ブルーサイト鉾石の粉末に、シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルからなる2種類の表面処理剤を添加し、メディア粉碎機を用いて、150～250℃に加熱しながら粉碎と表面処理とを同時に行い、所定の平均粒子径とすることによって、本発明の目的を達し得ることを見出した。

【0014】本発明では、天然ブルーサイト鉾石を乾式粉碎して水酸化マグネシウム系難燃剤を製造する方法において、天然ブルーサイト鉾石の粗粉体に、シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルからなる2種類の表面処理剤を添加して、被粉碎物を加熱可能なメディア粉碎機を用いて、120～220℃に加熱しながら、粉碎と表面処理を同時に行って、平均粒子径が1μm以上5μm以下で、該表面処理剤の被覆層を有する粒子とする。平均粒子径は好ましくは2～5μmとし、粗粉体の平均粒子径は例えば5μm超で8μm以下とし、シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルのそれぞれの添加量は、水酸化マグネシウムと表面処理剤の合計量に対して好ましくは0.5～5%とする。また加熱温度は120～220℃とし、好ましくは150～200℃とする。この発明では、樹脂配合時の機械的物性及び耐水性に優れ、かつ低コストで経済性に優れた、水酸化マグネシウム系難燃剤が提供される。

【0015】本発明で用いられるシランカップリング剤は、例えば、 γ -メタクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルメチルジエトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン等のメタクリロキシ系、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(β -メトキシエトキシ)シラン等のビニル系、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、 β -(3,4エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン等のエポキシ系、N- β (アミノエチル) γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N- β (アミノエチル) γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、N- β (アミノエチル) γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニル γ -アミノプロピルトリメトキシシラン等のアミノ系等が挙げられる。

【0016】アルコールリン酸エステルは、アルコールとリン酸のエステルであればよく、例えばモノアルコールエステルあるいはジアルコールエステルとし、リン酸中の残存水素イオン(エステル化反応せずに残る水素イオン)はアルカリ金属イオンやアルコールアミンイオン

などで置換してもよい。但し本発明では、アルコールリン酸エステルは加熱下で乾式で水酸化マグネシウムと反応させるので、残存水素イオンの位置が、水酸化マグネシウムとの反応位置となり、リン酸中の残存水素イオンをアルカリ金属イオンやアルコールアミンイオンなどで置換すると、水酸化マグネシウム表面との反応性が低下し好ましくない。

【0017】本発明で用いられるアルコールリン酸エステルは、モノまたはジ-飽和アルコールのリン酸エステルが好ましく、トリアルコールリン酸エステルは水酸化マグネシウムとの反応性が低く好ましくない。このようなアルコールリン酸エステルには例えば、モノ-ステアリルアルコールリン酸エステル、ジ-ステアリルアルコールリン酸エステル、モノ-ラウリルアルコールリン酸エステル、ジ-ラウリルアルコールリン酸エステル、モノ-ミリスチルアルコールリン酸エステル、ジ-ミリスチルアルコールリン酸エステル、モノ-パルミチルアルコールリン酸エステル、ジ-パルミチルアルコールリン酸エステル、モノ-アラキルアルコールリン酸エステル、ジ-アラキルアルコールリン酸エステル、モノ-ベヘルアルコールリン酸エステル、ジ-ベヘルアルコールリン酸エステル、モノ-リグノセリルアルコールリン酸エステル、ジ-リグノセリルアルコールリン酸エステル等があり、これらは単独であるいは混合して使用する。

【0018】本発明で被粉砕物を加熱可能な構造の媒体粉砕機(メディアミル)には、例えば被粉砕物を収容する容器をジャケットで加熱するようにして、該容器内に被粉砕物とメディアを転動させるようにしたものを用いる。具体的には、バッチ式あるいは連続式のボールミル、振動ボールミル、メディア攪拌型ミル等が挙げられ、例えばジャケット加熱で加熱し、メディアにはアルミナボール、ジルコニアボール、金属ボール、金属ロッド等の、水酸化マグネシウムよりも硬質のメディアが使用できる。

【0019】本発明のメディア粉砕機中での処理温度は、120~220℃とし、好ましくは150~200℃であることが好ましい。温度が120℃よりも低いと、機械的物性が不十分である。温度が220℃よりも高いと、表面処理剤が焼けて樹脂組成物が着色するばかりでなく、耐水性も低下する。

【0020】本発明の水酸化マグネシウム系難燃剤は、無水マレイン酸系、アクリル酸系、酢酸ビニル系、エチレン系、プロピレン系の樹脂や、これらの共重合体樹脂に配合する。水酸化マグネシウム系難燃剤に関する好適条件は、当然のことながら、該難燃剤を添加した樹脂組成物にも当てはまる。

【0021】

【実施例】以下に、シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルとを表面処理剤として併用し、メディアミルを用いて120~220℃で加熱下に粉砕する実施例(実

施例1~3)を示す。比較例として、シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルを用いないもの(比較例1)やこれらの一方のみを用いたもの(比較例2,3)を示す。またメディアミルでの表面処理時の温度(ミルの内部温度)を室温や100℃、あるいは250℃としたものを比較例4~6に示す。さらにメディアミルに代えて、ヘンシェルミキサーで加熱下に攪拌し、ハンマーミルで粉砕するものを比較例7に示す。

【0022】

【実施例1】平均粒子径が6 μ mの天然ブルーサイト粗粉砕品1kgと、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン10gと、モノ-ステアリルアルコールリン酸エステルとジ-ステアリルアルコールリン酸エステルの混合物(重量比で50重量%:50重量%)10gを内容積10リットルのジャケット加熱のバッチ式メディア攪拌型ミル中に入れ、150℃まで加熱し、30分間攪拌した。ミルのメディアには径5mmのアルミナボールを使用した。処理後に粉末をバッチ式メディア攪拌型ミルから取り出して、表面処理品サンプルとした。

【0023】

【実施例2,3】メディア攪拌型ミル内部の温度を200℃(実施例2)または210℃(実施例3)にした以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0024】

【比較例1,2】表面処理剤がステアリン酸10gのみである以外は、実施例1と同様にして表面処理サンプルを得た(比較例1)。また表面処理剤が γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン10gのみである以外は、実施例1と同様にして表面処理サンプルを得た(比較例2)。さらに、表面処理剤がモノ-ステアリルアルコールリン酸エステルとジ-ステアリルアルコールリン酸エステルの混合物(重量比で50重量%:50重量%)10gのみである以外は、実施例1と同様にして表面処理サンプルを得た(比較例3)。

【0025】

【比較例4~6】メディア攪拌型ミルを用い、攪拌処理時に非加熱(比較例4)、攪拌処理時のミル内部の温度を100℃とし(比較例5)、あるいはミル内部の温度を250℃とし(比較例6)、これ以外の点は実施例1と同様にして、表面処理サンプルを得た。

【0026】

【比較例7】平均粒子径が6 μ mの天然ブルーサイト粗組成品1kgと、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン10gと、モノ-ステアリルアルコールリン酸エステルとジ-ステアリルアルコールリン酸エステルの混合物(重量比で50重量%:50重量%)10gを容積10リットルのヘンシェルミキサー(攪拌型でメディアを用いないミキサー)中に入れ、5分間乾式混合した後に、150℃まで加温し、30分間高速攪拌した。なお高速攪拌開始10分後に攪拌を停止し、内壁及び攪拌壁の付着物をかき落とす操作を1

度行った。ヘンシェルミキサーで加温混合処理した粉末をハンマーミルで粉碎処理した後、再度ヘンシェルミキサー中で約150℃で15分間加温混合処理して、表面処理サンプルを得た。

【0027】実施例1～3及び比較例1～7で得られた表面処理水酸化マグネシウム（水酸化マグネシウム系難燃剤）の平均粒子径を、レーザー回折法により測定した。平均粒子径は、特級エタノール中で試料を超音波分散処理した後に測定した。

【0028】次に、エチレン・アクリル酸エチル・無水マレイン酸三元共重合体（住友化学製、商品名：ボンダインTX-8030、MFR：3）100重量部に対し、実施例及び比較例で調整した水酸化マグネシウム表面処理品100重量部を配合して混合した後に、東洋精機株式会社製ラボラストミルを用いて、150℃で5分間、回転数50rpmで混

練し、さらに150℃でプレス成形した。難燃性試験は、厚み3mmのシートを作成し、長さ150mm、幅6.5mmのテストピースを作成して酸素指数（JIS K7201に準拠）を測定した。引張試験は、厚み2mmのシートを作成し、ダンベル状に打ち抜いたものを用いてJIS K7113に準拠して行った。また、耐水試験は、厚み1mm×縦130mm×横130mmのシートを作成し、このシートを80℃に加温した10重量%濃度の食塩水（純水90重量%：食塩10重量%）に96時間含浸させた後、40℃で8時間シートの表面を乾燥し、温度30℃、相対湿度50%の雰囲気下で3時間放置してから500Vの電圧をかけ、1分後の電流値を測定して体積固有抵抗を算出した（JIS K7194に準拠）。これらの結果を表1に示す。

【0029】

【表1】

	処理温度 (℃)	表面処理法 ／表面処理剤*	平均粒子径 (μm)	引張強度 (MPa)	引張伸び (%)	体積固有抵抗* (Ω・cm)
実施例1	150		3.1	11.2	230	1.2×10 ¹⁴
実施例2	200		2.7	12.5	220	1.3×10 ¹⁴
実施例3	210		2.7	12.6	220	1.4×10 ¹⁴
比較例1	150	ステアリン酸	2.8	7.1	150	3.7×10 ¹²
比較例2	150	リン酸エステル 無添加	2.8	13.3	230	1.1×10 ¹³
比較例3	150	シランカップ リング剤無添加	2.6	7.5	160	1.3×10 ¹⁴
比較例4	室温		3.0	7.9	170	1.0×10 ¹⁴
比較例5	100		3.1	8.6	190	1.1×10 ¹⁴
比較例6	250		2.6	12.7	210	3.9×10 ¹³
比較例7	150	ヘンシェル ミキサー	3.0	8.7	180	1.2×10 ¹⁴

* 表面処理法／表面処理剤の列には、メディアミルを用いなかった場合（比較例7）と、アルコールリン酸エステルとシランカップリング剤を併用しなかった場合（比較例1～3）を特記。

* 体積固有抵抗は、10重量%の食塩水に96時間含浸後、40℃で8時間乾燥した後に測定。

【0030】合格ラインはそれぞれ、酸素指数で30以上、引張強度で10Mpa以上、引張伸びで200%以上、体積固有抵抗（含浸96時間後）で1.0×10¹⁴Ω・cm以上とした。なお酸素指数は実施例1～3、比較例1～7とも30以上であったので、表1には示さなかった。

【0031】表1から明らかなように、表面処理剤をステアリン酸とすると引張強度や引張伸びの他に、耐水試験後の体積固有抵抗が不足する（比較例1）。表面処理剤をシランカップリング剤のみとする、あるいは攪拌処理温度が220℃を超えると、耐水試験後の体積固有抵抗が不足する（比較例2,6）。表面処理剤をアルコールリン酸エステルのみとする、あるいは非加熱や100℃で攪拌する、またメディア型のミルではなく攪拌型のヘンシェルミキサーを用いると、引張強度や引張伸びが不足する

（比較例3,4,5,7）。これに対して実施例では、機械的物性及び耐水性に優れた難燃剤や難燃性樹脂組成物が得られる。

【0032】実施例では、特定のシランカップリング剤（γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン約1重量%）を用いたが、シランカップリング剤の種類は任意である。また特定のアルコールリン酸エステル（モノ-ステアリルアルコールリン酸エステルとジ-ステアリルアルコールリン酸エステルの1:1混合物約1重量%）を用いたが、アルコールリン酸エステルの種類を変えても、1～2基の飽和アルコールによりリン酸エステルの水素イオンを置換し、かつ1個の残存水素イオンを有するものであれば、ほぼ同等の結果が得られた。オレフィン樹脂には、エチレン・アクリル酸エチル・無水マレイン酸

三元共重合体を用いたが、オレフィン樹脂の種類は任意である。表1から明らかなように、決定的に重要なのは以下の点で、これ以外の点は適宜に変更できる。

- ・ シランカップリング剤とアルコールリン酸エステルとを併用すること、
- ・ メディアミルを用いて粉碎と表面処理とを同時に行うこと、
- ・ 表面処理温度を120℃～220℃とすること。

【0033】表1には示さなかったが、シランカップリング剤が水酸化マグネシウムと表面処理剤の合計量の0.5重量%未満では、引張強度が不足して好ましくない。シランカップリング剤が水酸化マグネシウムと表面処理剤の合計量の5重量%を超えると、引張伸びが不足して好ましくない。アルコールリン酸エステルが水酸化マグネシウムと表面処理剤の合計量の0.5重量%未満では、耐水試

験後の体積固有抵抗が不足して好ましくない。アルコールリン酸エステルが水酸化マグネシウムと表面処理剤の合計量の5重量%を超えると、引張強度と引張伸びが不足して好ましくない。天然ブルーサイト鉱石の粗粉体の平均粒子径が8 μ mを超えると、引張強度が不足して好ましくない。天然ブルーサイト鉱石の粗粉体は、表面処理剤と共に粉碎するのであるから、粉碎前の平均粒子径が5 μ m超であることが好ましい。

【0034】

【発明の効果】本発明では、樹脂配合時の機械的物性及び耐水性に優れ、かつ低コストで経済性に優れた水酸化マグネシウム系難燃剤が得られる。この難燃剤を配合することにより、幅広い用途で、環境に優しいノンハロゲン難燃材料によりハロゲン系材料を代替することが可能となる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷
C09C 3/00

識別記号

FI
C09C 3/00

(参考)

(72)発明者 松本 靖弘
香川県三豊郡詫間町大字香田80 神島化学
工業株式会社詫間工場内
(72)発明者 日高 俊典
兵庫県加東郡社町平木1310-9 ハットリ
株式会社平木事業所内

Fターム(参考) 4G076 AA10 AB21 AC04 BB08 BF06
CA02 CA26 DA05
4H028 AA02 AB02 BA06
4J002 BB021 BB071 BB111 BF021
BG011 BH021 DE076 FB086
FB096 FB106 FD136
4J037 AA09 CB05 CB22 CB23 DD05
EE03 EE14 EE25 EE28 EE29
EE44 EE47 FF21 FF25